

je 1 Tr. Essigsäure (1:2) entfernt. Nun wird mit 1%iger Silbernitratlösung angetüpfelt, wobei nur das Strontium blauviolette Silberrhodizonat zu bilden vermag, während das Bariumrhodizonat unverändert bleibt. Bei Abwesenheit von Sr bleibt die rotbraune Färbung des Bariumrhodizonatniederschlages unverändert. Dann wird mit 2%iger Ammoniumoxalatlösung angetüpfelt und kurz über Ammoniak geräuchert, wobei Strontiumrhodizonat (unter Bildung von Strontiumoxalat) und Silberrhodizonat entfärbt werden, das weit stabilere und unlöslichere Bariumrhodizonat bleibt intakt. Nach gründlichem Spülen mit Wasser hinterbleibt ein rotbrauner Fleck von Bariumrhodizonat falls Barium vorhanden ist. Auf diese Weise können etwa 0,3 μg Strontium neben der zehnfachen Bariummenge und etwa 0,5 μg Barium neben der zehnfachen Menge Strontium nachgewiesen werden.

¹ Mikrochim. Acta (Wien) 1959, 29–31. T.H. Wien

R. WOTSCHKE

Germanium. Als neues Reagens für die *photometrische Germaniumbestimmung* beschreiben N. F. KAZARINOVA und N. L. VASILEVA¹ das 9-[p-(N-Dimethylamino)]-phenyl-2,3,7-trihydroxy-6-fluoron. Es hat vor dem üblichen Phenylfluoron den Vorteil, daß saure Lösungen der Verbindung mit Germanium bis 1,2 μg GeO_2/ml stabil sind und ohne Zugabe von speziellen Stabilisatoren zur photometrischen Germaniumbestimmung dienen können. — *Synthese des Reagenses.* 18 g (0,072 Mol) frischhergestelltes Triacetylhydroxyhydrochinon und 5 g (0,035 Mol) p-Dimethylaminobenzaldehyd löst man unter Erwärmen in einem Gemisch aus 80 ml Äthanol, 80 ml Wasser und 8 ml konz. Schwefelsäure, kocht die Lösung 10 Std auf dem Wasserbad und läßt weitere 10 Std bei Zimmertemperatur stehen. Den abfiltrierten orangeroten Niederschlag löst man wieder in dem oben angegebenen Lösungsmittelgemisch, kocht mit etwas Aktivkohle auf, filtriert und bringt die Lösung mit Ammoniak auf pH 7, wobei der rote Niederschlag des 9-[p-(N,N-Dimethylamino)]-phenylfluorons ausfällt. Man filtriert noch heiß und wäscht mit heißem Wasser ammoniakfrei. Die in Wasser und den meisten organischen Lösungsmitteln unlösliche Verbindung löst sich in Alkalien und in Säuren beim Erwärmen oder bei Äthanolzusatz. Die gelbe Farbe der Lösung in verd. Salzsäure schlägt in Gegenwart von Germanium nach Orange um. Bei geringen Germaniumkonzentrationen (< 1 μg GeO_2/ml) folgt die Farbe dem Lambert-Beerschen Gesetz. Es werden noch 0,05 μg GeO_2/ml erfaßt, photometriert wird mit Grünfilter für 600–580 $\mu\mu$. Arsen und Wismut sind ohne Einfluß auf die Bestimmung, Sb^{III} , Sn^{IV} und Mo^{VI} reagieren auch mit dem Reagens, doch ist die Empfindlichkeit wesentlich geringer. — *Analysengang.* Von der 0,75–1 n salzsauren Analysenlösung nimmt man 8 ml (entsprechend höchstens 10 μg GeO_2 , bei höheren Konzentrationen nimmt man entsprechend weniger ab und füllt mit 0,9 n Salzsäure auf 8 ml auf) in ein graduiertes Reagensglas ab und versetzt mit 2 ml 0,05%iger Reagenslösung (0,5 g in 50 ml 60–70°C heißer 0,9 n Salzsäure gelöst und mit Äthanol auf 100 ml aufgefüllt). Man läßt 1 Std stehen und photometriert dann in einer 10 mm-Küvette wie oben beschrieben. Eine Eichkurve wird wie üblich aufgenommen, die Messungen müssen bei gleicher Temperatur erfolgen.

¹ Ž. anal. Chim. 13, 677–681 (1958) [Russisch]. (Mit engl. Zus.fass.) Uraler Zweigstelle Akad. Wiss. SSSR, Sverdlovsk.

K. HERTZOG

Trennung von Titan und Zirkonium mit Ionenaustauschern. T. A. BELJAVSKAJA, I. P. ALIMABIN und I. F. KOLOSOVA untersuchen die Adsorption von Ti^{4+} und Zr^{4+} an Anionen- und Kationenaustauschern aus salzsaurer Lösung verschiedener Konzentration. An Anioniten erfolgt keine Sorption, an den Kationiten SBS und KU-2 lassen sich beide Metalle trennen, wobei sich der Austauscher KU-2 als besser erweist. — *Arbeitsweise.* In die Säule von 11 cm Länge und 0,5 cm Durchmesser gibt man den Ionenaustauscher KU-2 in der H^+ -Form und wäscht mit 1 n